

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2004 年 1 月 22 日 (22.01.2004)

PCT

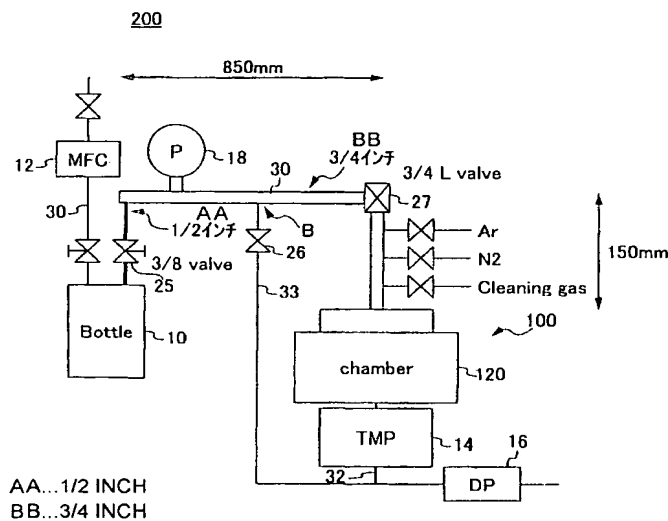
(10) 国際公開番号  
WO 2004/007797 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C23C 16/455, H01L 21/285, 21/31  
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/008800  
(22) 国際出願日: 2003 年 7 月 10 日 (10.07.2003)  
(25) 国際出願の言語: 日本語  
(26) 国際公開の言語: 日本語  
(30) 優先権データ:  
特願2002-201533 2002 年 7 月 10 日 (10.07.2002) JP  
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東京エレクトロン株式会社 (TOKYO ELECTRON LIMITED) [JP/JP]; 〒107-8481 東京都 港区 赤坂五丁目 3 番 6 号 Tokyo (JP).  
(72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山崎 英亮 (YAMASAKI, Hideaki) [JP/JP]; 〒407-0192 山梨県 韮崎市 穂坂町三ツ沢 6 5 0 東京エレクトロン株式会社内 Yamanashi (JP). 河野 有美子 (KAWANO, Yumiko) [JP/JP]; 〒407-0192 山梨県 韮崎市 穂坂町三ツ沢 6 5 0 東京エレクトロン株式会社内 Yamanashi (JP). 山本 紀彦 (YAMAMOTO, Norihiko) [JP/JP]; 〒407-0192 山梨県 韮崎市 穂坂町三ツ沢 6 5 0 番地 東京エレクトロン A T 株式会社内 Yamanashi (JP).  
(74) 代理人: 伊東 忠彦 (ITO, Tadahiko); 〒150-6032 東京都 渋谷区 恵比寿 4 丁目 2 0 番 3 号 恵比寿ガーデンプレイスタワー 3 2 階 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: FILM FORMING APPARATUS

(54) 発明の名称: 成膜装置



(57) Abstract: A film forming apparatus (100) is characterized in that the apparatus comprises a raw material container (10) for receiving a raw material from which source gas is produced, a film forming chamber (120) for applying a film forming process on a semiconductor substrate (101), a raw material supply passage (30) for supplying the source gas from the raw material container (10) to the film forming chamber (120), an exhaust gas flow passage (32) for exhausting gas from the film forming chamber (120), having a vacuum pump system structured by a turbo-molecular pump (14) and a dry pump (16), and a pre-flow passage (33) branching off from the raw material supply passage (30) while bypassing the film forming chamber (120) and the turbo molecular pump (14), and joining to the exhaust gas flow passage (32), and in that the raw material supply passage (30) includes piping having an inner diameter larger than 6.4 mm, and a turbo-molecular pump (15) is provided in the pre-flow passage (33).

(57) 要約: 本発明の成膜装置 100 は、ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器 10 と、半導体基板 101 に成膜処理を行うための成膜室 120 と、原料容器 10 から成膜室 120 に上記ソースガスを供給するための原料供給路 30 と、ターボ分子ポンプ 14 及びドライポンプ 16 からなる真空ポンプシステムを有した、成膜室 120 を排気するため排気流路 32

[続葉有]

WO 2004/007797 A1



(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 *PCT* ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

と、原料供給路 30 から分岐し成膜室 120 及びターボ分子ポンプ 14 をバイパスして排気流路 32 に合流するプリフロー流路 33 とを備え、原料供給路 30 は、6.4 mm より大きい内径の配管を含み、プリフロー流路 33 にターボ分子ポンプ 15 が設けられたことを特徴とする。

## 明細書

## 成膜装置

## 5 技術分野

本発明は、一般に半導体製造装置に係り、より詳細には、特に低い蒸気圧の原料を用いた成膜処理において、成膜速度を向上できる半導体製造装置に関する。

## 背景技術

- 10 近年、半導体基板の大口径化が進むにつれて、半導体製造装置は多数枚の半導体基板を一度に処理するバッチ処理ではなく、1枚ごとに処理を行う枚葉処理の形態が取られるようになってきている。このような枚葉処理を行う装置の処理能力（スループット）を向上するためには、1枚当たりの処理時間を短くする必要がある。このため、従来においては、成膜速度を向上させるため、例えば半導体
- 15 製造装置の処理容器に供給するソースガスの流量を増加させ、処理の短時間化が図られている。

- また、枚葉処理を行う装置においては、ソースガスの流量を安定させてから半導体製造装置の処理容器に供給する必要がある。このため、従来においては、図5に示すように、半導体製造装置の処理容器120'にソースガスを供給する原料供給ライン30'に、処理容器120'をバイパスするプリフローライン33'が設けられている。かかる半導体製造装置においては、バルブ26'の切替によって成膜前のソースガスをプリフローライン33'に流通して流量を安定させた後に、バルブ26'の更なる切替によって半導体製造装置の処理容器120'にソースガスを供給している。

- 25 ところで、室温で固体や気体の原料をガス化して半導体製造装置に供給する一般的な手法としては、液体原料若しくは固体原料を加熱し、若しくは、液体原料は液体のまま、固体原料は溶媒に溶解して液体状態にしたものを処理容器近傍の気化器まで搬送し、当該気化器で気化させてから処理容器内に導入することが行われる。

一方、最近の半導体装置で使われる高誘電体膜や強誘電体膜、あるいはこのよう

- な高誘電体膜や強誘電体膜を使う半導体装置で使われるRu膜やW膜などの成膜処理の場合のように、使用する原料の蒸気圧が低く、原料を加熱しても十分な量のガスを得られない場合には、キャリアガスを用いて原料を処理容器120'に搬送することが行われる。このような蒸気圧が低い原料を用いる場合において、ソース
- 5 ガスの流量を増加させるためには、原料を加熱して蒸気圧を高めること、及び、原料容器を減圧して原料の気化を促進することが必要となる。このため、従来の半導体製造装置の排気ライン32'には、図5に示すように、ターボ分子ポンプ14' (TMP) 及びドライポンプ16' (DP) が設けられており、原料容器10' 及び処理容器120'の減圧が図られている。
- 10 しかしながら、上述のようにターボ分子ポンプ14'等を使用して原料容器10'等の減圧を図る場合であっても、使用する原料の蒸気圧が低く、しかも本分野で一般的に使用される配管の内径は1/4インチと小さく、ソースガスの流量の増加には限界があった。また、かかる小さい配管径では、原料供給ライン30'での圧力損失が大きく、原料容器10'の効率的な減圧の妨げとなり、ひいては原料の
- 15 効率的な気化の妨げとなるという問題点があった。
- また、従来のプリフローライン33'は、図5に示すように、ターボ分子ポンプ14'をバイパスしており、また、プリフローライン33'の配管径は一般的に原料供給ライン30'の配管径以下であるので、プリフローライン33'流通時と成膜処理時とでは原料容器10'内の圧力等の条件が異なることになる。従
- 20 って、成膜処理前にプリフローライン33'にソースガスを流通して流量を安定させた場合であっても、実質的に流量を安定させたことになっていないという問題点があった。

#### 発明の開示

- 本発明の一目的は、半導体製造装置の処理容器に供給するソースガスの流量を
- 25 大幅に増加させ、成膜速度を飛躍的に向上できる成膜装置を提供することにある。

本発明のその他の目的は、成膜処理前にソースガスの流量を実質的に安定させることができるプリフローラインを備えた成膜装置を提供することにある。

本発明の第1の局面によれば、ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成

膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、真空ポンプシステムを有した、上記成膜室を排気するため排気流路とを備えた成膜装置であって、

上記原料供給路は、6.4 mmより大きい内径の配管を含むことを特徴とする、成膜装置が提供される。

- 5      本発明の第2の局面によれば、ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、ターボ分子ポンプ及びドライポンプからなる真空ポンプシステムを有した、上記成膜室を排気するための排気流路と、上記原料供給路から分岐して上記排気流路に合流するプリフロー流路とを備えた成膜装置であって、

上記プリフロー流路に、第2のターボ分子ポンプが設けられたことを特徴とする、成膜装置が提供される。

- 15      本局面において、代替的に、プリフロー流路が、前記ターボ分子ポンプよりも上流側で上記排気流路に合流することとしてもよい。この場合、プリフロー流路使用時に上記排気流路の真空ポンプシステムを利用することができるので、プリフロー流路に第2のターボ分子ポンプを設けることなく、プリフロー流路使用時の原料容器内の圧力と実際の成膜処理時の原料容器内の圧力との差を小さくすることができる。

- 20      また、本発明の第3の局面によれば、ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、ターボ分子ポンプ及びドライポンプからなる真空ポンプシステムを有した、上記成膜室を排気するための排気流路と、上記原料供給路から分岐して上記排気流路に合流するプリフロー流路とを備えた成膜装置であって、

- 25      上記プリフロー流路の配管径を大きくして、圧力差を小さくしたことを特徴とする、成膜装置が提供される。

上記各局面において、プリフロー流路及び／又は上記原料供給路に設けられるバルブは、好ましくは、Cv値1.5以上のコンダクタンスを有する。特に好ましくは、プリフロー流路及び上記原料供給路に設けられる全てのバルブがCv値

1. 5以上のコンダクタンスを有する。また、原料供給路は、好ましくは、全長の少なくとも80%の範囲で6.4mmより大きい内径の配管を含む。上記原料供給路は、好ましくは、成膜処理時における上記原料容器の圧力と上記成膜室との圧力差が2000Paより小さくなるように、構成される。上記原料供給路は、
- 5 好ましくは、約16mm以上の内径の配管を含む。上記原料供給路には、気化温度での蒸気圧が133Paより低い蒸気圧の原料から生成されるソースガスが流通してよい。上記原料はW(CO)<sub>6</sub>であってよい。上記成膜室は、好ましくは、成膜処理時に上記真空ポンプシステムによって、665Paより小さい圧力で維持される。

#### 10 図面の簡単な説明

本発明の他の目的、特徴及び利点は添付の図面を参照しながら以下の詳細な説明を読むことにより一層明瞭となるであろう。

図1は、CVD成膜装置100の構成を概略的に示す断面図である。

- 図2は、本発明の第1の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

図3A及び図3Bは、本発明の第2の実施の形態による原料供給装置200の構成を概略的に示す図である。

図4は、処理容器の圧力と原料容器の圧力との差を配管径の相違により比較した表である。

- 20 図5は、従来の半導体製造装置の構成を概略的に示す図である。

#### 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。

##### [第1の実施形態]

- 25 図1は、本発明の第1の実施の形態によるCVD成膜装置100の構成を概略的に示す断面図である。

図1を参照するに、このCVD成膜装置100は、気密構造の処理容器120と、処理容器120内の中央部に配設され、半導体基板101を保持し、電源に接続する加熱素子132が埋設された載置台130と、載置台130に対面する

ように設けられ、後述する原料供給ライン30から供給されるガスを処理容器120内に導入するシャワーヘッド110と、処理容器120の側壁に設けられ、半導体基板101を搬入・搬出する図示しないゲートバルブと真空ポンプシステムを有し、処理容器120を排気する排気ライン32とを備えている。

5 図2は、本発明の第1の実施の形態による原料供給装置200の構成を示す。

図2を参照するに、Ar、Kr、N<sub>2</sub>、Heなどの不活性ガスからなるキャリアガスは、原料容器10に質量流量制御装置(MFC)12を介して供給される。この質量流量制御装置12は、原料容器10に供給するキャリアガスの流量制御を行う。原料容器10内には、成膜に使用する液体原料若しくは固体原料が収容される

10 。ソースガスは、原料容器10でバブリング等によりこれらの原料を気化して生成され、上記キャリアガスによって原料供給ライン30を通してCVD成膜装置100まで搬送されていく。尚、この原料供給ライン30の原料容器10の出口付近には、原料容器10内の圧力を検出する圧力計18が設けられる。

原料供給ライン30には、原料容器10の後でCVD成膜装置100をバイパスするプリフローライン33が設けられる。このプリフローライン33には、原料供給ライン30からのソースガスを含むキャリアガス（以下、このガスを「混合ガス」という）が供給される。この混合ガスは、バルブ26、27の開閉により、プリフローライン33或いはCVD成膜装置100に通じる原料供給ライン30に選択的に供給される。

15

尚、このプリフローライン33は、成膜時にCVD成膜装置100に供給する混合ガスの流量を安定化するためのガス流路である。従って、このプリフローライン33には、半導体基板101を1枚ずつ処理する前に、混合ガスが供給されることになる。

20

プリフローライン33との分岐点BからCVD成膜装置100までの原料供給

25 ライン30には、成膜に使用する各ガスや成膜処理後に処理容器120内を清浄するためのクリーニングガス等を供給するためのガスラインがバルブを介して接続されている。尚、これらのガスは、混合ガスがプリフローライン33に流通する間（即ち、バルブ26が閉で、バルブ27が開であるとき）、処理容器120内に導入されてよい。

CVD成膜装置100から反応ガス等を排気するための排気ライン32には、ターボ分子ポンプ(TMP)14が設けられ、更に後流にドライポンプ(DP)16が設けられる。これらのポンプ14、16は、処理容器120内を所定の真空度に維持する。このターボ分子ポンプ14は、ドライポンプ16と協働して、  
5 処理容器120内の圧力を例えば1 Torr (133 Pa) 以下の高真空にすることができ、DMAH (ジメチルアルミニウムハイドライド)、RuCp<sub>2</sub> (ビスシクロペンタジエニルルテニウム)、W(CO)<sub>6</sub> (ヘキサカルボニルタングステン) のような低蒸気圧の原料を使用する成膜処理に特に必要とされる。

この排気ライン32には、ドライポンプ16の上流側でプリフローライン33  
10 が合流される。従って、このプリフローライン33に混合ガスが流通している間には、原料容器10は、ドライポンプ16により減圧されることになる。一方、成膜時には、原料容器10は、ドライポンプ16及びターボ分子ポンプ14により減圧されることになる。

ところで、成膜速度を向上させるためには、CVD成膜装置100に供給され  
15 る混合ガスに含まれるソースガスの流量を増加させる必要がある。ソースガスの流量は、キャリアガスの流量及び原料容器10の温度が高いほど多くなり、原料容器10内の圧力が高いほど少なくなる。従って、ソースガスの流量を増加させるためには、原料容器10内の圧力を可能な限り低くすることが必要となる。

また、原料容器10は、上述のようにターボ分子ポンプ14等により処理容器  
20 120及び原料供給ライン30を介して減圧されるが、減圧の高効率化を達成すると共に流通するガスの流量を増加させるためには、特にターボ分子ポンプ14から原料容器10までの流路における圧力損失を可能な限り低減することが必要となる。

一方、ソースガスの流量はキャリアガスの流量に比例するので、ソースガスの  
25 流量の増加のために、キャリアガスの流量を増加させることも可能である。しかしながら、本分野で一般的に使用される配管径1/4インチの原料供給ライン30では、コンダクタンスが低く、上述した減圧によってキャリアガスの流量(及びソースガスの流量)を増加するのにも限界がある。

更に、最近の半導体装置で使われる高誘電体膜や強誘電体膜、あるいはこのよう



な高誘電体膜や強誘電体膜を使う半導体装置で使われるRu膜やW膜などは、非常に低い蒸気圧の原料を用いて成膜される。例えば、W膜を形成するために使用してよいW(CO)<sub>6</sub>は、25℃において蒸気圧3.99Pa(0.03Torr)、30℃において蒸気圧6.65Pa(0.05Torr)、45℃において蒸気圧33.25Pa(0.25Torr)である。かかる低蒸気圧原料を用いた場合、ソースガスの流量を増加させるのは非常に困難である。

そこで、本発明の第1の実施態様では、原料供給ライン30は、キャリアガスの流量(それに伴うソースガスの流量)を増大させるため、1/4インチ(約6.4mm)よりも大きな配管径、例えば1/2インチ(約13mm)若しくは3/4インチ(約19mm)の配管径を有する。この1/4インチよりも大きな配管径を有する原料供給ライン30の範囲は、好ましくは、原料容器10から処理容器120までである。即ち、ソースガスが流通する原料供給ライン30は、好ましくは、処理容器120まで連続的に同一の内径の配管により構成される。

但し、原料容器10から処理容器120までの間の短い範囲であれば、原料供給ライン30は、異なる内径の配管により構成されてもよい。例えば、図2では、原料容器10の出口からの短い範囲で内径1/2インチの配管が使用され、原料容器10から処理容器120までの大部分の範囲で3/4インチの配管が使用されている。

また、同様の観点から、原料供給ライン30に設けられてよいバルブ25、27は、好ましくは、原料供給ライン30の内径と同一の径を有するが、図2に示すバルブ25のように、原料供給ライン30の内径1/2インチに対して、汎用的に使用される3/8インチの内径であってもよい。また、この原料供給ライン30の全体の長さは、混合ガスのエネルギー損失を低減して混合ガスの流量を増大させるため、可能な限り短く設定されてよい。例えば、図2に示す原料供給ライン30は、内径1/2インチの配管を除いて、全長1000mmの3/4インチの配管により構成されている。

尚、上述した実施態様の原料供給装置200は、単一の原料供給ライン30を有するものであったが、複数の種類のソースガスを使用する等の場合には、それに対応して複数の原料供給ラインを有してもよい。かかる場合には、低蒸気圧原料を搬

送する原料供給ラインは、1/4インチよりも大きな内径の配管により構成し、比較的高い蒸気圧の原料を搬送する原料供給ラインは、通常通り内径1/4インチの配管により構成してよい。

5 以上の本発明の第1の実施態様によれば、配管内を流通する流体の流量は配管の内径の4乗に比例して大きくなるので、処理容器120内に導入するソースガスの流量を飛躍的に増加することができる。また、混合ガスの原料供給ライン30での圧力損失が、原料供給ライン30の配管径の増加と共に低減されるので、原料容器10内の圧力を低下するのに必要なターボ分子ポンプ14の仕事量を低減することができる。また、原料供給ライン30における圧力損失が少ない場合には、  
10 処理容器120に導入されるソースガスの流量が更に増大されることになる。

ところで、W(CO)<sub>6</sub>のような低蒸気圧原料を用いて成膜処理を行う場合、原料容器10内の圧力は、ソースガスの流量を増大させるために、ターボ分子ポンプ14により2 Torr (266 Pa) 以下の高真空中に維持される場合がある。

しかしながら、プリフローライン33使用時にドライポンプ16のみにより原料容器10内の圧力をかかる低圧に維持することは可能でない。従って、成膜処理前にプリフローラインに混合ガスを流通した場合であっても、成膜処理のために流路の切替を実施すると、原料容器10内の圧力の変動が発生し、ソースガスの流量が成膜中に変動するという不都合が生じる。  
15

次に示す本発明の第2の実施の形態による原料供給装置200は、上述した第1の実施の形態による原料供給装置200のプリフローライン33を改良することにより上記不都合を解消するものである。  
20

#### [第2の実施形態]

図3Aは、本発明の第2の実施の形態による原料供給装置200の構成を示す。

図3Aを参照するに、本実施形態による原料供給装置200のプリフローライン33には、第2のターボ分子ポンプ15が設けられる。従って、このプリフローライン33に混合ガスが流通している間には、原料容器10は、ドライポンプ16及びターボ分子ポンプ15により減圧されることになる。一方、成膜時には、原料容器10は、ドライポンプ16及びターボ分子ポンプ14により減圧されることになる。  
25

この結果、プリフローライン 33 に混合ガスを流通させた時と成膜処理時との間での原料容器 10 内の圧力差が低減される。即ち、原料容器 10 内の圧力は、 $W(CO)_6$  のような低蒸気圧原料を用いた成膜処理時において 2 Torr (266 Pa) 以下の高真空に維持される場合があるが、プリフローライン 33 使用時に  
5 においても第 2 のターボ分子ポンプ 15 によりかかる高真空を実現することが可能となる。従って、ソースガスの流量の変動を引き起こす原料容器 10 内の圧力の変動が抑制されるので、成膜中にソースガスの流量の変動がない安定した成膜処理を行うことが可能となる。

また、同様の観点から、このプリフローライン 33 は、好ましくは、成膜処理  
10 時とプリフローライン流通時との間での混合ガスの圧力損失差を低減すべく、原料供給ライン 30 と同一又はより太い配管径を有する。或いは、第 2 のターボ分子ポンプ 15 のプリフローライン 33 における配設位置を調整することにより、プリフローライン 33 に混合ガスを流通させた時の原料容器 10 内の圧力が成膜処理時における原料容器 10 内の圧力と略同一となるようにしてもよい。これに  
15 より、プリフローライン 33 に流通時のソースガスの流量を成膜処理時の当該流量と略同一とすることができる。

以上の本発明の第 2 の実施態様によれば、プリフローライン 33 に流通時のソースガスの流量と処理容器 120 内に導入するソースガスの流量との差を大幅に低減することができる。従って、プリフローライン 33 から原料供給ライン 30  
20 に 3 方弁 26 により切替される際のソースガスの流量の変動が非常に少なく、成膜中にソースガスの流量の変動がない安定した成膜処理を行うことができる。

図 3 B は、本発明の第 2 の実施の形態による原料供給装置 200 の変形例を示す。図 3 B に示す構成では、プリフローライン 33 に第 2 のターボ分子ポンプ 15 が設けられることはなく、それに代わって、プリフローライン 33 が排気ライン  
25 32 にターボ分子ポンプ 14 より上流側で合流している。かかる構成では、プリフローライン 33 の使用時において、成膜時と同様、原料容器 10 は、ドライポンプ 16 及びターボ分子ポンプ 14 により減圧されることになる。

従って、本変形例によれば、上述の実施態様と同様、プリフローライン 33 に流通時のソースガスの流量と処理容器 120 内に導入するソースガスの流量との

差を大幅に低減することができる。従って、プリフローライン 33 から原料供給ライン 30 に切替される際のソースガスの流量の変動が非常に少なく、成膜中にソースガスの流量の変動がない安定した成膜処理を行うことができる。

- 5 尚、この変形例において、排気ライン 32 のターボ分子ポンプ 14 の仕事量は、3 方弁 26 による切替前後のソースガスの流量の変動が最小になるように切替前後で変更・調整されてよい。また、プリフローライン 33 は、成膜処理時とプリフローライン流通時との間での混合ガスの圧力損失差を低減すべく、原料供給ライン 30 と同一又はより太い配管径を有してよい。

- 10 また、上述の第 2 の実施の形態において、3 方弁 26 に代わって上述の第 1 の実施の形態のようなバルブ 26, 27 が使用されてもよい。また、何れの場合であっても、上述の第 1 の実施の形態の場合も同様であるが、原料供給ライン 30 及びプリフローライン 33 に設けられる各バルブ 25, 26, 27 (即ち、原料容器 10 からターボ分子ポンプに至る間の流路に設けられる各バルブ) は、好ましくは、Cv 値 1.5 以上のコンダクタンスの良いものが使用される。これにより、  
15 各バルブでの圧力損失が低減され、上述の効果を更に高めることができる。

- ここで、バルブの Cv 値は、一次側 (原料容器 10 に近い側) 絶対圧力  $P_1$  [kgf · cm<sup>3</sup> abs] が二次側 (処理容器 120 に近い側) 絶対圧力  $P_2$  [kgf · cm<sup>3</sup> abs] に対して、 $P_1 < 2 P_2$  の関係にあるとき、 $C_v = Q_g / 406 \times \{G_g (273 + t) / (P_1 - P_2) P_2\}^{1/2}$  により、 $P_1 \geq 2 P_2$  の関係  
20 にあるとき、 $C_v = Q_g / 203 P_1 \times \{G_g (273 + t)\}^{1/2}$  により算出された値として定義する。尚、上記式において、t [°C] はガスの温度、 $Q_g$  [Nm<sup>3</sup>/h] は、標準状態 (15°C、760 mmHg abs) におけるガスの流量、 $G_g$  は、空気を 1 とした時のガスの比重をそれぞれ表わす。

#### [第 1 の実施例]

- 25 発明者らは、上述した第 1 の実施形態に関連して、処理容器 120 内の圧力と原料容器 10 内の圧力との差を配管径の相違により比較し、図 4 に示す結果を得た。

図 4 を参照するに、原料供給ライン 30 に内径 3/4 インチの配管を使用した場合において、処理容器 120 内の圧力を 13.3 Pa (0.1 Torr) とした

とき、原料容器10内が79.8 Pa (0.6 Torr) まで減圧されている。

これより、上述したように25℃において蒸気圧3.99 Pa (0.03 Torr)、45℃において蒸気圧33.25 Pa (0.25 Torr) を示すW(CO)<sub>6</sub> (ヘキサカルボニルタングステン) のような低蒸気圧原料を使用した場合であつても、処理容器120内が十分に減圧されるので、十分な流量のソースガスを得ることができることがわかる。

一方、内径1/4インチの配管を使用した場合において、処理容器120内の圧力を66.6 Pa (0.5 Torr) としたとき、原料容器10内の圧力が2660 Pa (20 Torr) となっている。対照的に、内径3/4インチの配管の場合において、処理容器120内の圧力が66.6 Pa (0.5 Torr) であるとき、原料容器10内の圧力は372 Pa (2.8 Torr) となっている。

尚、内径1/2インチの配管を使用した場合、処理容器120内の圧力を133 Pa (1 Torr) としたとき、原料容器10内の圧力が1051~1596 Pa (7.9~12 Torr) となっている。

以上の比較結果から、処理容器120内の圧力と原料容器10内の圧力との差は、原料供給ライン30の内径が1/4インチの場合には、少なくとも1995 Pa (15 Torr) 以上となるのに対し、原料供給ライン30の内径が1/2インチ若しくは3/4インチの場合には、多くとも1995 Pa (15 Torr) 以下となり、原料供給ライン30による圧力損失が大幅に低減されていることがわかる。

次に、配管径の相違による成膜速度を比較するために発明者らが行った成膜処理の実施例について説明する。

まず、比較例として原料供給ライン30に、内径1/4インチで長さ2mの配管を用いて、W(CO)<sub>6</sub>を原料とし、熱CVD法によりW膜を成膜した実施例について言及する。原料容器10の温度を45℃とし、キャリアガスの流量を300 sccm (1 sccmは、0℃・1気圧で流体が1 cm<sup>3</sup>流れることを意味する) とし、成膜圧力(処理容器120内の圧力)を20.0 Pa (0.15 Torr) とし、基板温度450℃の条件で成膜したところ、成膜速度10 Å/minで

タングステン膜が形成され、当該タングステン膜の比抵抗は $54\ \mu\text{ohm}\cdot\text{cm}$ であった。

この比較例の結果に対して、原料供給ライン30に内径 $1/2$ インチで長さ2mの配管を用いた場合、成膜速度 $40\ \text{\AA}/\text{min}$ でタングステン膜が形成され、当該タングステン膜の比抵抗は $40\ \mu\text{ohm}\cdot\text{cm}$ であった。

また、上記比較例に対して、原料供給ライン30に内径 $3/4$ インチで長さ1mの配管を用いた場合、成膜速度 $300\ \text{\AA}/\text{min}$ でタングステン膜が形成され、当該タングステン膜の比抵抗は $45\ \mu\text{ohm}\cdot\text{cm}$ であった。

以上の実施例から、原料容器10から処理容器120までの原料供給ライン30に内径 $1/2$ インチ以上の配管を使用することによって、ソースガスの流量が大幅に増大し、成膜速度が飛躍的に向上することが確認された。

#### [第2の実施例]

次に、上述した第2の実施形態に関連した、図5に示す従来的な構成例と比較するために発明者らが実施した実施例について説明する。

本実施例では、ソースガスの流量の変動を引き起こす原料容器10内の圧力の変動を比較した。

まず、比較例として、図5に示す従来的な構成によるプリフローライン33'に成膜処理前に混合ガスを流通させて、原料容器10'内の圧力を圧力計18'により検出した。次いで、バルブ26'の切替を行い混合ガスを処理容器120'に通じる原料供給ライン30'に流通させて、原料容器10'内の圧力を圧力計18'により検出した。

このとき、プリフローライン33'使用時には、原料容器10'内の圧力が $3990\ \text{Pa}$  ( $30\ \text{Torr}$ )となるのに対して、処理容器120'に導入した際には、原料容器10'内の圧力が $1330\ \text{Pa}$  ( $10\ \text{Torr}$ )となり、非常に大きな圧力差が発生することが確認された。この結果から、従来的な構成によると、成膜処理時にソースガスの流量が大きく変動してしまうことがわかる。

一方、図3Aに示す本発明の構成によるプリフローライン33を使用した場合には、プリフローライン33使用時及び処理容器120に導入した際において、原料容器10内の圧力を $1330\ \text{Pa}$  ( $10\ \text{Torr}$ )に保持することができた

。この結果から、第2の実施形態の構成によると、成膜処理中にソースガスの流量が変動することなく安定したソースガスの濃度で成膜処理を実現できることがわかる。

5 以上のとおり、本発明による各実施形態によれば、原料供給路のコンダクタンスが増大されるので、成膜室内に導入するソースガスの流量を飛躍的に増加させることができる。また、原料供給路における圧力損失(即ち、成膜処理時における原料容器の圧力と成膜室との圧力差に相当)が、配管の内径の増加により低減されるので、成膜処理時の原料容器内の圧力を効率的に低下させることができる。また、原料供給路における圧力損失の低減は、成膜室内に導入される原料の気化量の増大にも寄与することになる。この結果、成膜速度が劇的に向上し、スループットの飛躍的な向上を図ることができる。

また、プリフロー流路にターボ分子ポンプを設けることによって、プリフロー流路を使用したときの原料容器内の圧力と実際の成膜処理時の原料容器内の圧力との差を大幅に低減することができる。これにより、成膜処理中にソースガスの流量が変動することが防止され、安定した流量のソースガスを用いた高品質の成膜を実現することができる。

また、成膜処理時の原料容器内の圧力が効率的に低減されるので、特に低蒸気圧の原料を用いた場合であっても、十分なソースガスの流量を得ることができる。

20 以上、本発明の好ましい実施形態について詳説したが、本発明は、上述した実施形態に制限されることはなく、本発明の範囲を逸脱することなく、上述した実施形態に種々の変形及び置換を加えることができる。

## 請求の範囲

1. ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、真空ポンプシステムが設けられた、上記成膜室を排気するための排気流路とを備えた成膜装置であって、

上記原料供給路は、6.4 mmより大きい内径の配管を含むことを特徴とする、成膜装置。

2. ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、ターボ分子ポンプ及びドライポンプからなる真空ポンプシステムが設けられた、上記成膜室を排気するための排気流路と、上記原料供給路から分岐して上記排気流路に合流するプリフロー流路とを備えた成膜装置であって、

上記プリフロー流路に、第2のターボ分子ポンプが設けられたことを特徴とする、成膜装置。

3. ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを供給するための原料供給路と、ターボ分子ポンプ及びドライポンプからなる真空ポンプシステムが設けられた、上記成膜室を排気するための排気流路と、上記原料供給路から分岐して上記排気流路に合流するプリフロー流路とを備えた成膜装置であって、

- 上記プリフロー流路が、前記ターボ分子ポンプよりも上流側で上記排気流路に合流することを特徴とする、成膜装置。

4. ソースガスを生成するための原料を入れる原料容器と、半導体基板に成膜処理を行うための成膜室と、上記原料容器から上記成膜室に上記ソースガスを



供給するための原料供給路と、ターボ分子ポンプ及びドライポンプからなる真空ポンプシステムが設けられた、上記成膜室を排気するための排気流路と、上記原料供給路から分岐して上記排気流路に合流するプリフロー流路とを備えた成膜装置であって、

- 5      上記プリフロー流路の配管径を大きくして、圧力差を小さくしたことを特徴とする、成膜装置。

5.      プリフロー流路及び／又は上記原料供給路に設けられるバルブがCv値1.5以上のコンダクタンスを有することを特徴とする、請求項1乃至4のうち  
10      いずれか1項の成膜装置。

6.      上記原料供給路は、その全長の少なくとも80%の範囲で6.4mmより大きい内径の配管を含む、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜装置。

- 15      7.      上記原料供給路は、成膜処理時における上記原料容器の圧力と上記成膜室との圧力差が2000Paより小さくなるように、構成された、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜装置。

8.      上記原料供給路は、約16mm以上の内径の配管を含む、請求項1乃至  
20      4のうちいずれか1項の成膜装置。

9.      上記原料供給路には、気化温度での蒸気圧が133Paより低い蒸気圧の原料から生成されるソースガスが流通する、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜装置。

25

10.      上記原料はW(CO)<sub>6</sub>である、請求項9項の成膜装置。

11.      上記成膜室は、成膜処理時に上記真空ポンプシステムによって、665Paより小さい圧力に維持される、請求項1乃至4のうちいずれか1項の成膜

装置。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

1/5

FIG.1

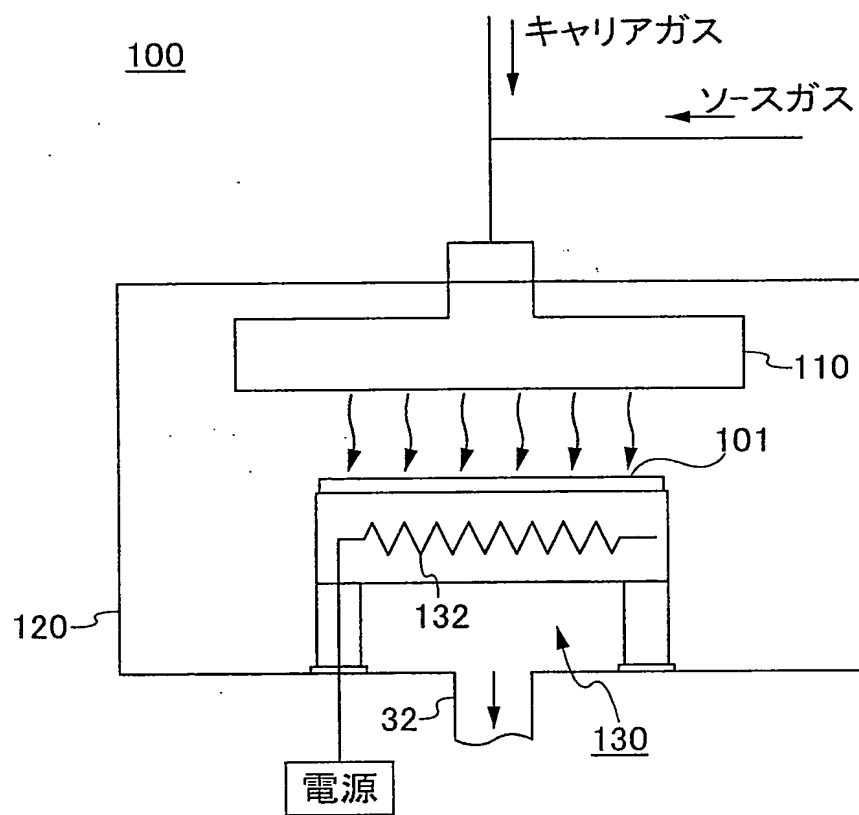
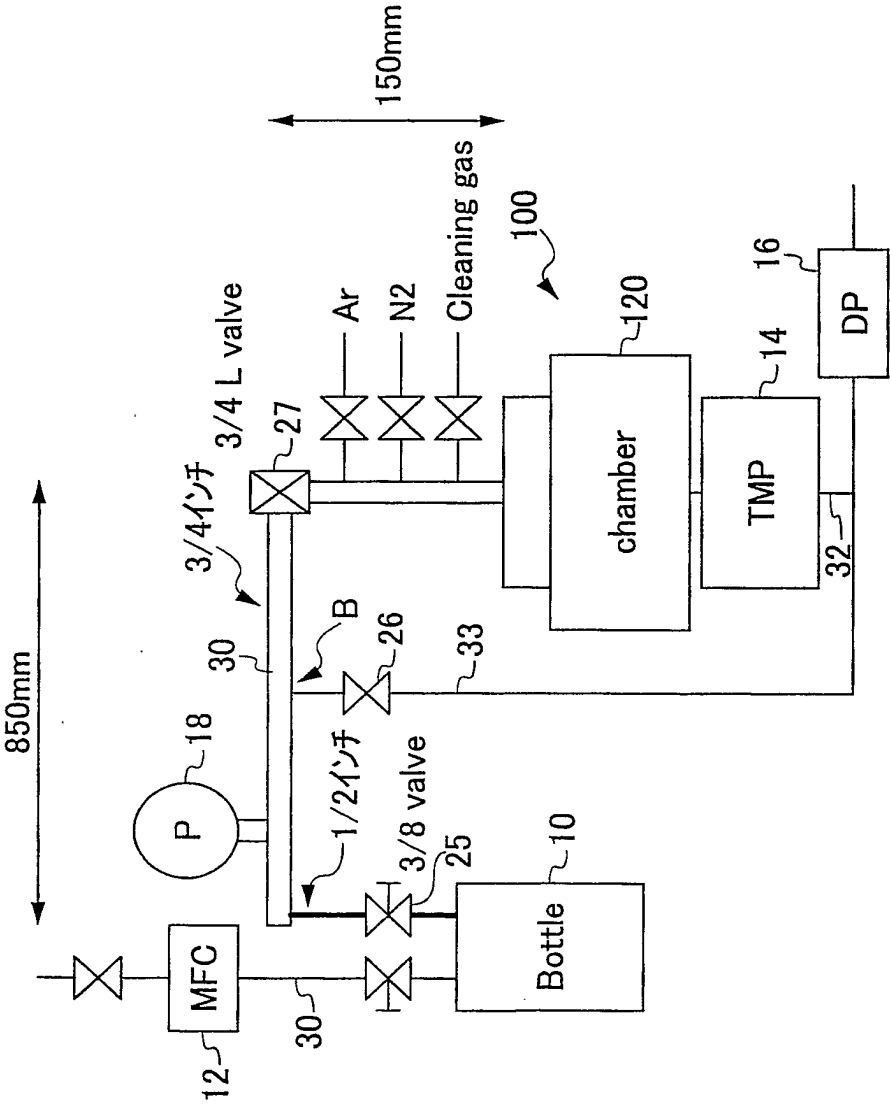


FIG.2



3/5

FIG.3A

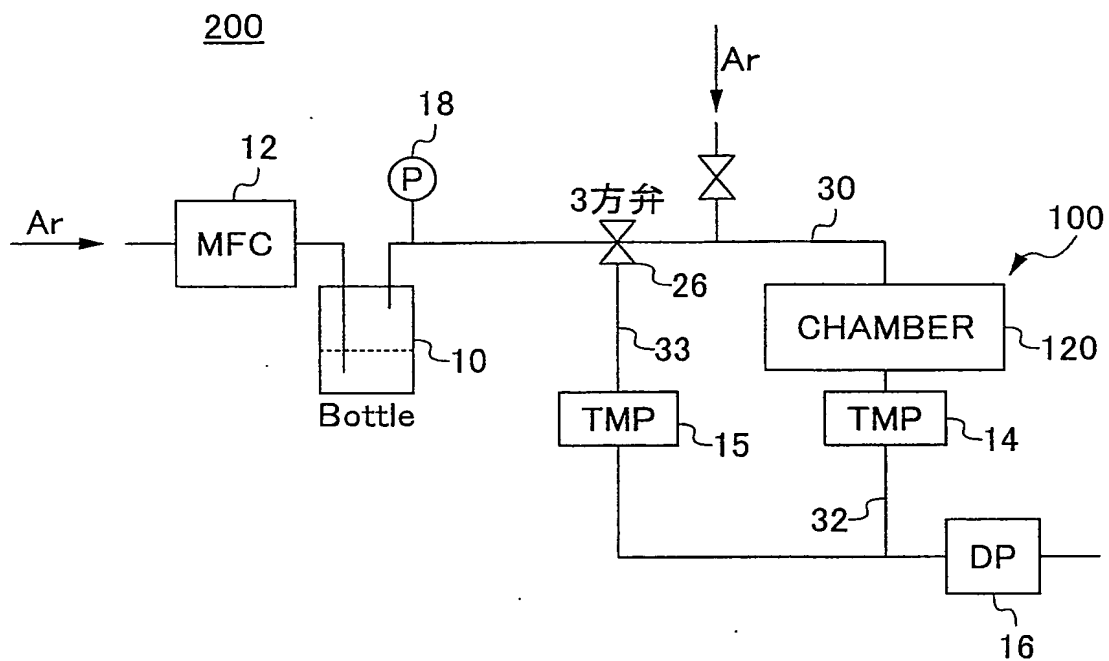


FIG.3B

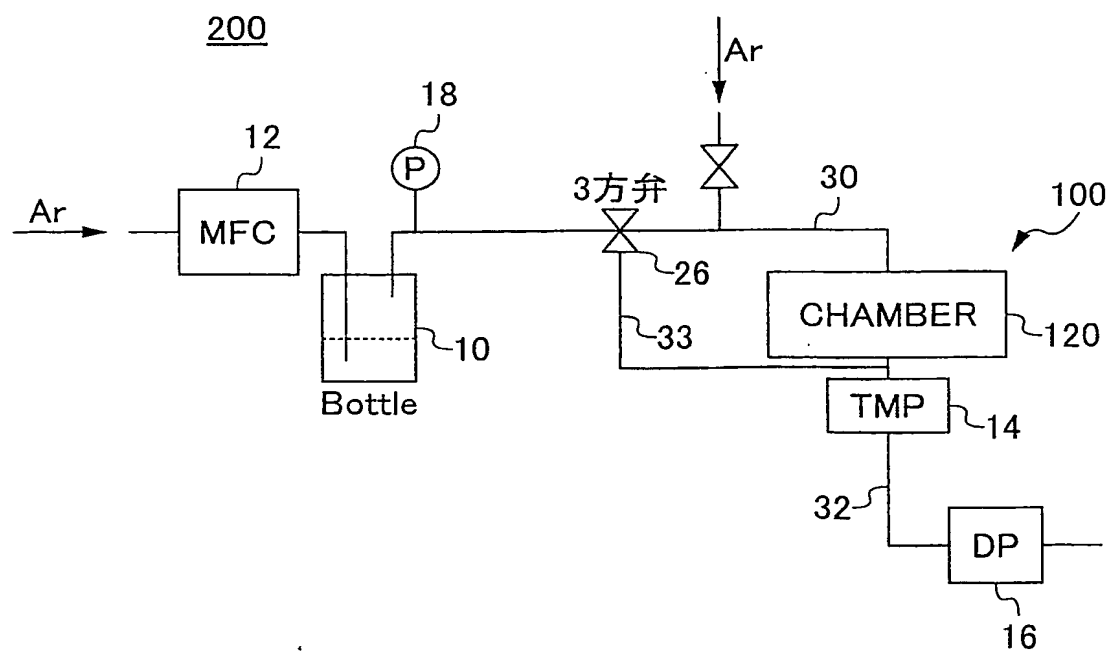
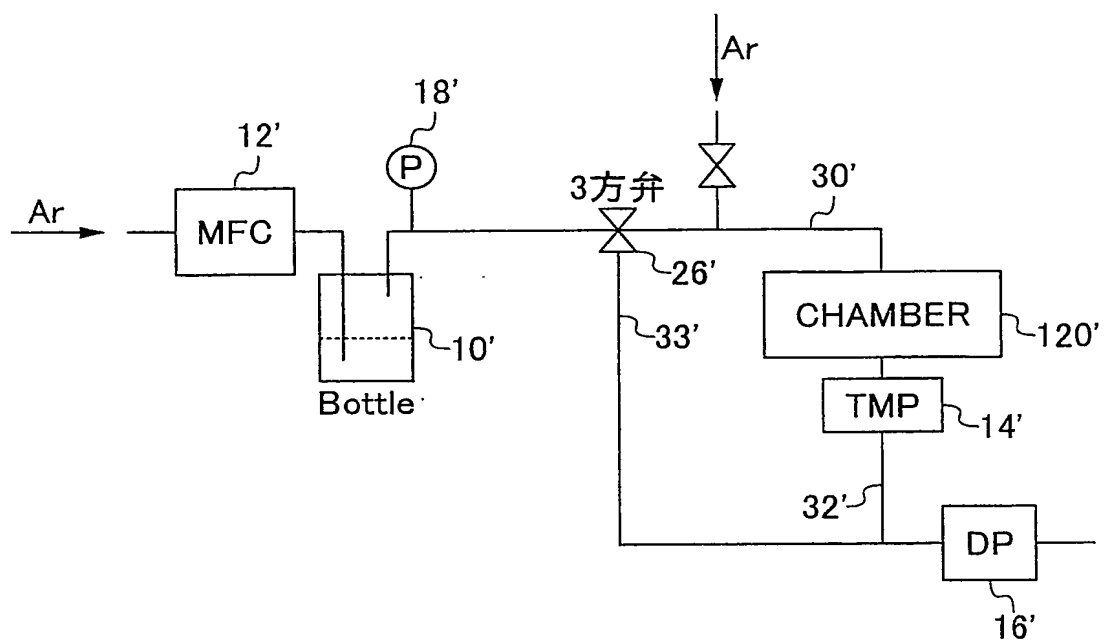


FIG.4

| 内径     | 原料容器内の圧力               | 処理容器内の圧力           |
|--------|------------------------|--------------------|
| 3/4インチ | 0.6～2.7Torr<br>2.8Torr | 0.1Torr<br>0.5Torr |
| 1/2インチ | 7.9～12Torr             | 1Torr              |
| 1/4インチ | 20Torr                 | 0.5Torr            |

5/5

FIG.5



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/08800

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.<sup>7</sup> C23C16/455, H01L21/285, H01L21/31

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.<sup>7</sup> C23C16/00-16/56, H01L21/205, H01L21/285, H01L21/31

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

|                           |           |                            |           |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho       | 1926-1996 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2003 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2003 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2003 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages  | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| X<br>Y    | JP 2000-226667 A (Anelva Corp.),<br>15 August, 2000 (15.08.00),<br>Par. Nos. [0012] to [0015]; Fig. 1<br>(Family: none)               | 1, 5-8<br>9-11        |
| Y         | US 6218301 B1 (APPLIED MATERIALS, INC.),<br>17 April, 2001 (17.04.01),<br>Claims<br>& JP 2001-247967 A<br>Claims<br>& KR 2001062849 A | 9-11                  |
| Y         | JP 2758247 B2 (Mitsubishi Electric Corp.),<br>13 March, 1998 (13.03.98),<br>Examples<br>(Family: none)                                | 9-11                  |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

|   |  |
|---|--|
| * Special categories of cited documents:<br>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance<br>"E" earlier document but published on or after the international filing date<br>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)<br>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means<br>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed | "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention<br>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone<br>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art<br>"&" document member of the same patent family |
|---|--|

Date of the actual completion of the international search  
07 October, 2003 (07.10.03)

Date of mailing of the international search report  
21 October, 2003 (21.10.03)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/08800

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|-----------|--|-----------------------|
| Y         | JP 63-65077 A (Mitsubishi Electric Corp.),<br>23 March, 1988 (23.03.88),<br>Page 2, lower right column<br>(Family: none)                   | 9-11                  |
| A         | JP 2-104667 A (Anelva Corp.),<br>17 April, 1990 (17.04.90),<br>The column of "Operation"; Fig. 1<br>(Family: none)                         | 2-4                   |
| A         | JP 11-302849 A (Ebara Corp.),<br>02 November, 1999 (02.11.99),<br>Par. Nos. [0018] to [0022]; drawings<br>(Family: none)                   | 2-4                   |
| A         | EP 1113089 A1 (APPLIED MATERIALS, INC.),<br>04 July, 2001 (04.07.01),<br>Fig. 4<br>& US 6218301 B1 & JP 2002-124488 A<br>& KR 2002011123 A | 2-4                   |
| A         | JP 2000-144014 A (Asahi Chemical Industry Co.,<br>Ltd.),<br>26 May, 2000 (26.05.00),<br>Par. No. [0029]<br>(Family: none)                  | 9                     |

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/08800

## Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:  
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:  
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

## Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The "special technical feature" of Claim 1 is that a piping having the inner diameter larger than 6.4 mm is provided in a raw material supply passage, the "special technical feature" of Claim 2 and 3 is that a pre-flow passage to which a turbo-molecular pump is connected, and the "special technical feature" in Claim 4 is that a pre-flow passage having a larger piping diameter is provided.

There is no technical relationship between the inventions involving one or more of the same or corresponding special technical features. The inventions are therefore not so linked as to form a single general inventive concept.

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☒ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

**Remark on Protest** ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.  
☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C23C16/455, H01L21/285, H01L21/31

## B. 調査を行った分野

## 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl<sup>7</sup> C23C16/00-16/56, H01L21/205, H01L21/285, H01L21/31

## 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年

## 国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示   | 関連する<br>請求の範囲の番号 |
|-----------------|---|------------------|
| X<br>Y          | JP 2000-226667 A (アネルバ株式会社) 2000.08.15<br>[0012]~[0015], 図1, (ファミリーなし)                                      | 1,5-8<br>9-11    |
| Y               | US 6218301 B1 (APPLIED MATERIALS, INC.) 2001.04.17<br>Claim, & JP 2001-247967 A, 特許請求の範囲, & KR 2001062849 A | 9-11             |
| Y               | JP 2758247 B2 (三菱電機株式会社) 1998.03.13<br>実施例, (ファミリーなし)   | 9-11             |

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

07.10.03

国際調査報告の発送日

21.10.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)  
 郵便番号100-8915  
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

宮澤 尚之

4G

9278

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

| C (続き) . 関連すると認められる文献 |  |                  |
|-----------------------|--|------------------|
| 引用文献の<br>カテゴリー*       | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示  | 関連する<br>請求の範囲の番号 |
| Y                     | JP 63-65077 A (三菱電機株式会社) 1988.03.23<br>第2頁右下欄, (ファミリーなし)   | 9-11             |
| A                     | JP 2-104667 A (日電アネルバ株式会社) 1990.04.17<br>作用欄, 第1図, (ファミリーなし)   | 2-4              |
| A                     | JP 11-302849 A (株式会社荏原製作所) 1999.11.02<br>[0018]~[0022], 図面, (ファミリーなし)  | 2-4              |
| A                     | EP 1113089 A1 (APPLIED MATERIALS, INC.) 2001.07.04<br>FIG.4,<br>& US 6218301 B1, & JP 2002-124488 A, & KR 2002011123 A | 2-4              |
| A                     | JP 2000-144014 A (旭化成工業株式会社) 2000.05.26<br>[0029], (ファミリーなし)   | 9                |

## 第Ⅰ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項(PCT17条(2)(a))の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. ☐ 請求の範囲 \_\_\_\_\_ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

## 第Ⅱ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

請求の範囲1の「特別な技術的特徴」は、原料供給路を6.4mmより大きい内径の配管を設けたことに関し、請求の範囲2および請求項3の「特別な技術的特徴」は、ターボ分子ポンプが接続したプリフロー流路を設けたことに関し、請求の範囲4の「特別な技術的特徴」は、配管径を大きくしたプリフロー流路を設けたことに関するものである。これらの発明は、一又は二以上の同一又は対応する特別な技術的特徴を含む技術的な関係にないから、単一の一般的発明概念を形成するように連関しているものとは認められない。

1. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☒ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

## 追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがなかった。

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**